

超音波による Al 中への Al_2O_3 の分散に関する研究Dispersion of Al_2O_3 into Aluminum Utilizing Ultrasonic Waves

朴 鎮 黙*・鳥 飼 安 生*

Chinmuk BAK and Yasuo TORIKAI

金属中に酸化物を分散させると、金属の機械的性質が良くなるということが知られている。ここでは、実用化のための資料を得る目的で、溶けたアルミニウム中に酸化アルミニウム (Al_2O_3) を入れ、これを超音波振動によって分散させる実験を行なったのでその結果について簡単に述べる。

1. は し が き

金属中に酸化物を分散させると金属の機械的性質が良くなるということが知られている。最近これと関連した研究としては、Al 中に Al_2O_3 を層状に分布させた材料の高温クリープについて¹⁾、同じく Al 中に Al_2O_3 を層状に分布させた材料の再結晶について²⁾、また Al- Al_2O_3 合金 (SAP=Sintered Aluminum Products) の圧縮変形と組織について³⁾などが発表されている。

現在 Al- Al_2O_3 合金材料を工業的に実用化している方法としては、粉末冶金法である。この方法では、金属の粉末を混合した後常温で圧縮成形し圧粉体を作り、これを適当なふんい気の炉で焼結するのが普通である。

しかしこの方法では、融点が高い金属においては十分な密度の焼結体が得られない場合が多いので、この問題を改善し、高密度の製品を得るために、金属粉末の圧縮成形と加熱を同時に行なう加熱プレス法も採用されている。この加熱プレス法では成形用プレスも加熱されるため工具材料の高温強度に対する点から圧力および加熱温度の制限性があり、また金属粉末の酸化防止を考慮した工業的装置の設計が困難なので、非鉄金属だけに一部採用されているようである。

その他にプレスは加熱せず加圧中の金属粉末だけに直接通電し抵抗発熱による加熱を行なうことができる抵抗焼結法もある。これは大電流(数万アンペア)を使用すれば秒単位の時間内で焼結が可能だといわれ、これを瞬間抵抗焼結法とも呼ぶ。またこの方法は瞬間的に焼結するので高能率生産が可能だといわれている。

以上述べたように粉末冶金法では、その特長といろいろな欠点を含んでいるが、まず特長としては、

- (1) 合金しにくいものを作ることができる。
- (2) 複雑な外形をしているものを作ることができる。
- (3) 切削加工が困難なものを作ることができる。

などをあげることができる。また欠点としては、

- (1) 金属粉末の粒度、比重が異なるため混合性がわ

る。

- (2) 生産工程が複雑なので生産性が低い。

- (3) 機械的強度が不足(もろい)。

などが考えられる。これらの欠点をなくし、生産性を高めるための試みとして超音波による Al 中への Al_2O_3 の分散についての実験を行なったのでその概略を述べる。

2. 実験目的および原理

超音波の冶金工業への応用として、溶融状態または凝固過程にある金属に超音波振動を与えることによって、結晶粒の微細化、脱ガス、分散作用などにより金属の諸性質を改善させることが期待されるが、このうち結晶粒の微細化については一連の実験についてすでに報告した⁴⁾⁵⁾。

超音波による分散作用は Wood と Loomis の実験⁶⁾以来、超音波の作用の一つとしてよく知られている。これには液体-液体同志の分散すなわち乳化作用のほか、固体の液体への分散、液体の気体への分散いわゆる噴霧作用も含み、中にはすでに工業的に広く応用されているものもある。液体-液体の場合の例として、水とそれと混合しにくい油などの液体とを同じ容器に入れ、これに強い超音波を当てると直ちに混合して白濁し、乳化現象を呈する。この作用には、超音波によるキャビテーション発生がおもに関与しており、外圧を上げるなどしてキャビテーション発生を抑えると乳化作用を生じない⁷⁾。

固体の液体への分散もものによって超音波の作用でおこなうが、液体-液体などに比べてはるかに高出力を要する。報告されているものには、錫、蒼鉛、鉛、銅、銀などがある。例をあげると、溶融ハンダに銅の棒を介して超音波照射を行なうと銅の微粒子がハンダ中に分散して銅の棒は腐蝕を受ける。アルミニウムの超音波照射による錫メッキのときも同様である。集束型の音源を用いて焦点部に単位面積当たり数千ワットの音の強さを生ずることにより、ガラスやタングステンカーバイトのような硬い物質を腐蝕して水中に分散させることもできるが、コロイド溶液で得られるものは雲母、石膏、ステアタイト、硫黄、黒鉛など比較的やわらかい固体である⁸⁾。

* 東京大学生産技術研究所第 1 部

ここで述べる Al_2O_3 粉末の Al 中への分散が上記と同じ機構によるものか、別のものであるかは判然としていないが、上記の分散作用が多分散液中に生じたキャビテーション気泡の圧壊にともなう強い衝撃波の呈する破壊作用によると考えられるのに対し、 Al_2O_3 粉末の場合には、その他に、超音波によるかくはん、振動による衝突破壊なども加わっていると考えてよいであろう。これらの機構を追究することも重要でありおいおい実験を進めて行く予定であるが、ここではむしろ粉末冶金法についての欠点を改善し、実用化のための資料を得る目的で、溶けた Al 中に Al_2O_3 を入れ、これを超音波で分散させる実験を行なって来たので、その結果について簡単に述べる。

3. 実験装置および方法

2 kW 超音波発振器と 9 kc 用 Ni 磁歪振動子を接続させ、超音波振動を溶融物に与えるが、振動子を高温の溶融物に直接接触させることができないので、伝達法としてはステンレス製のホーンを用いる。振動子にホーンを接着し、振動子の部分は水冷を行なう。ホーンは振動子との接着面から先端までを 9 kc に対し 1 波長の共振をするように設計されており、半波長ずつ二つの部分に切ってねじ込み接合するようになっている。振動子に近い部分のホーンの節部にはつばが出ていて水冷筒に固定させてある。この実験装置を図 1 に示す。

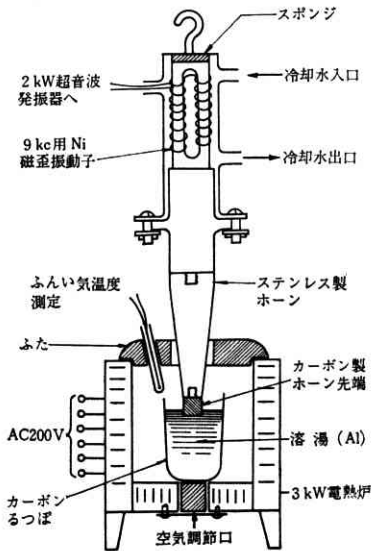


図 1 実験装置

まず Al (99.7%) 1 kg をカーボン製のつばに入れ、これを電熱炉で溶かしその中に粒度が ~ 150 メッシュの Al_2O_3 を入れた後ホーン先端を溶湯中に 10 mm ぐらいの深さにつけて溶湯温度が $665^\circ C$ のときからほとんど凝固するまでの間超音波振動を与え以後炉内で徐冷をおこ

なった。

振動子への高周波電気入力は 100W で超音波照射時間は 5 分前後である。

以上の方法で Al_2O_3 を 1g, 2g, 3g……と量を増加させて量の変化に対する考察と、また Al_2O_3 の粒度が $0.3\sim 0.4\mu$ のものを使い同じ方法で粒度の違いによる考察もおこなった。

4. 実験結果および考察

Al_2O_3 の粒度が ~ 150 メッシュのものを使用しておこなった実験結果をマクロ組織、ミクロ組織およびピッカース硬度 (荷重 1 kg) で比較した。

まずマクロ組織は、写真 1 を見てわかるように超音波処理をしないものは結晶粒が非常に大きく、下部中心部に大きな巣 (写真 1 の矢印) ができているが、超音波処理をしたものは、結晶粒が全般的に非常に微細化されており、巣がない。

次にミクロ組織は、金属顕微鏡で観察することができなかったため、電子顕微鏡 (100 kV, 透過法, レプリカ法) で観察した。まず透過法で Al_2O_3 の分散状態を調べたところ Al_2O_3 の分散を見ることができなかった。これは試料を電解研磨して数百 Å の厚さに作るとき、 Al_2O_3 の粒度が大きいため、全部落ちて電子顕微鏡では観察できなかったと考えられる。この理由により次にはレプリカ法で観察した。写真 2 で見るとおり超音波で処

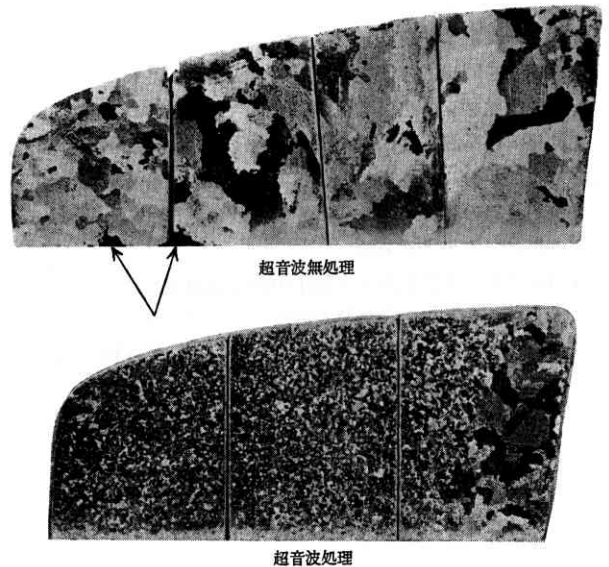
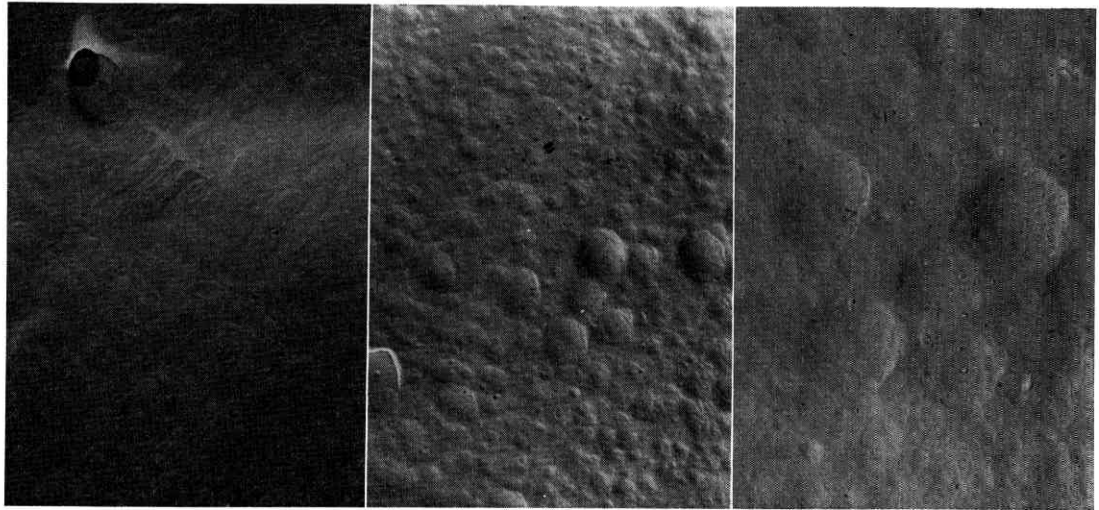


写真 1 マイクロ組織

理しないものは Al_2O_3 が全然分散してないが、超音波で処理したものは全般的によく分散しているのを見ることができる。

おわりにピッカース硬度試験は、試料 1 個について図 2 に示すごとく 15 個所の硬度を測定し、その結果を図 3



超音波無処理 ×7,000

超音波処理 ×5,500

超音波処理 ×7,000

写真 2 ミクロ組織

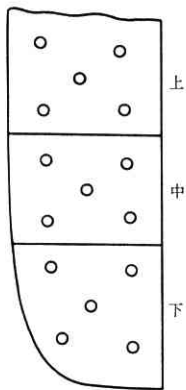


図 2 ビッカース硬度試験位置

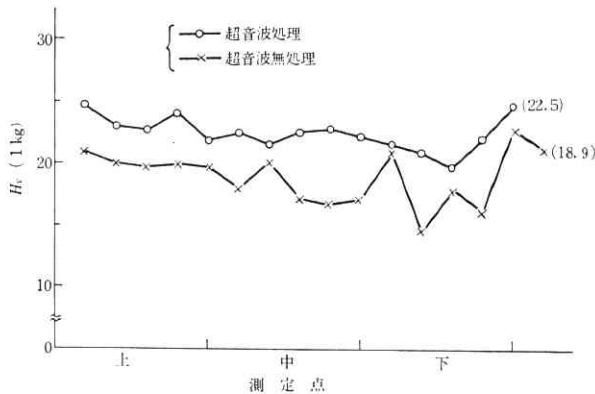


図 3 ビッカース硬度試験結果 (～150メッシュ)

く分散しているが、粗大な部分には Al_2O_3 がほとんど分散していない。

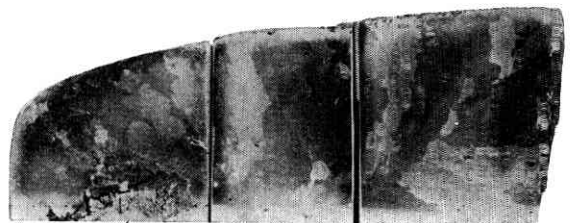
最後にビッカース硬度試験では図2と同じく試料1個につき15個所の硬度を測定し、その結果を図4に示した。図4の硬度でもばらつきが多いので、その平均値で比較した。超音波で処理しないものの平均値が17.5で、超音波で処理したものの平均値が21.1で約1/6程度硬くなっている。

に示した。硬度ではばらつきが多いので、平均値で比較すると超音波処理をしないものが18.9、超音波処理をしたものが22.5で1/6程度硬くなっている。

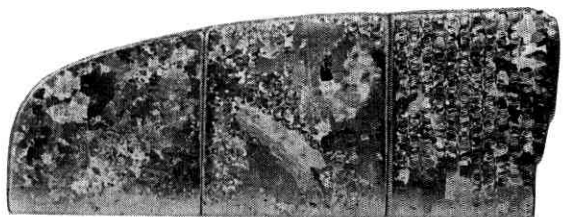
次に Al_2O_3 の粒度が $0.3 \sim 0.4 \mu$ 程度のものを使用して行なった実験結果をマクロ組織、ミクロ組織およびビッカース硬度で比較した。

まず、マクロ組織では、写真3で見るとおり超音波で処理しないものは粗大な結晶で、下部中心部に大きな巣(写真3の矢印)ができていますが、超音波で処理したものは非常に微細化された部分と粗大な部分とからなっているが巣は見られない。

次にミクロ組織は、電子顕微鏡(500kV、透過法)で観察した。写真4で見るとおり超音波で処理しないものは Al_2O_3 の分散が全然見られないが、超音波で処理したものは Al_2O_3 がよく分散している部分と全然分散していない部分とにわかれている。これは Al_2O_3 が部分的に分散していることを意味する。すなわち、マクロ組織(写真3)で結晶粒が微細化された部分には、 Al_2O_3 もよ

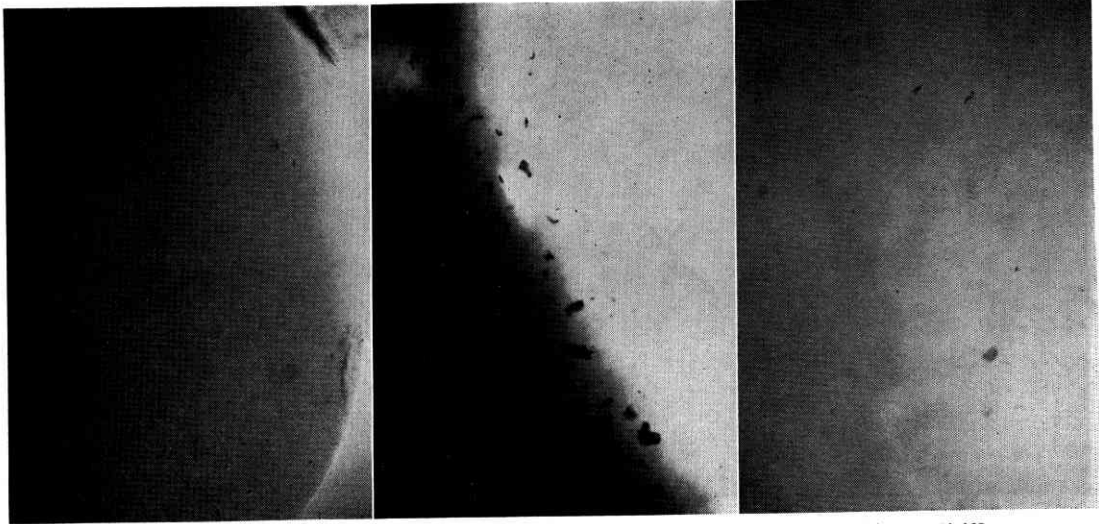


超音波無処理



超音波処理

写真 3 マクロ組織



超音波無処理 ×4,000

超音波処理 ×4,000

超音波処理 ×20,000

写真 4 ミクロ組織

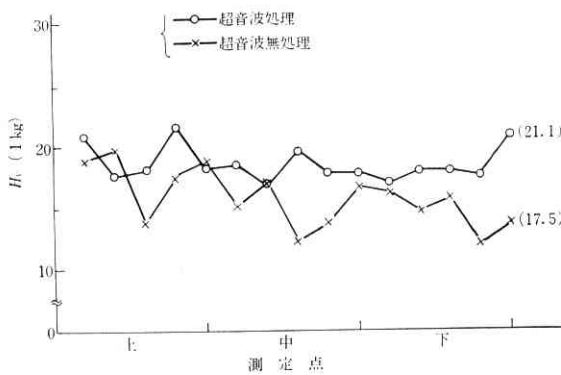


図 4 ビッカース硬度試験結果 (0.3~0.4μ)

5. む す び

超音波による Al 中への Al₂O₃ の分散を超音波鋳造と併行しておこなったが、次のような結論を得た。

(1) マクロ組織では、超音波鋳造で得たものよりはるかに微細化されている。この理由は Al₂O₃ が分散され核の役割をするためと考えられる。これは Al₂O₃ が全般的に分散している場合は、その結晶粒も全般的によく微細化されており、部分的に分散したところでもよく微細化されいることから推測することができる。

(2) 同じ実験条件においても超音波で処理しないものは試料の中心部に大きな巣ができるが、超音波で処理すると巣ができない。

(3) Al₂O₃ の量の変化による実験的考察を行なったが、結果においてはあまり差がない。

(4) Al₂O₃ の粒度の違いによる考察では明らかに差があった。すなわち粒度の大きいものは全般的によく分散するが、粒度の小さいものは部分的に分散したりして

実用化においては粒度の大きいものがよい。

(5) 硬度においては超音波鋳造の結果とはあまり差がなかった。

以上、超音波による Al 中への Al₂O₃ の分散についての結果を簡単に述べたが、実用化の可能性が十分得られた。超音波法でのホーンの材料の問題が残っているとはいえ、今回筆者らが行なった基礎的資料にもとづいて冷却条件のよい連続鋳造に適用すればよい結果の得られることが期待される。

今後はいろいろの金属酸化物と金属を用いて研究を進めてゆきたいと考えている。

(1968 年 1 月 12 日受理)

文 献

- 1) 三浦, 太田, 本間, 佐々木: 日本金属学会誌. **30**, 659 (1966).
- 2) 三浦, 佐々木: 日本金属学会誌. **30**, 662 (1966).
- 3) 池田, 和泉: 日本金属学会誌. **30**, 806 (1966).
- 4) 朴, 鳥飼: 生産研究. **17**, 195 (1965).
- 5) 朴, 鳥飼: 生産研究. **18**, 335 (1966).
- 6) R. W. Wood and A. L. Loomis: Phil. Mag (7) **4**, 417 (1927).
- 7) C. Bondy and K. Sollner: Trans. Faraday Soc. **31**, 835 (1935).
- 8) A. E. Crauford: Ultrasonic Engineering Butterworth Sci. Publ, London (1955).

